

DETERMINAÇÃO DE TRAÇO DE COMPOSTO DE ENXOFRE E ENXOFRE TOTAL EM DESTILADO DE PETRÓLEO

Método

CONTEC

Comissão de Normas
Técnicas

SC - 20

Técnicas Analíticas
de Laboratório

Cabe à CONTEC - Subcomissão Autora, a orientação quanto à interpretação do texto desta Norma. O Órgão da PETROBRAS usuário desta Norma é o responsável pela adoção e aplicação dos itens da mesma.

Requisito Mandatório: Prescrição estabelecida como a mais adequada e que deve ser utilizada estritamente em conformidade com esta Norma. Uma eventual resolução de não segui-la ("não-conformidade" com esta Norma) deve ter fundamentos técnico-gerenciais e deve ser aprovada e registrada pelo Órgão da PETROBRAS usuário desta Norma. É caracterizada pelos verbos: "dever", "ser", "exigir", "determinar" e outros verbos de caráter impositivo.

Prática Recomendada (não-mandatória): Prescrição que pode ser utilizada nas condições previstas por esta Norma, mas que admite (e adverte sobre) a possibilidade de alternativa (não escrita nesta Norma) mais adequada à aplicação específica. A alternativa adotada deve ser aprovada e registrada pelo Órgão da PETROBRAS usuário desta Norma. É caracterizada pelos verbos: "recomendar", "poder", "sugerir" e "aconselhar" (verbos de caráter não-impositivo). É indicada pela expressão: **[Prática Recomendada]**.

Cópias dos registros das "não-conformidades" com esta Norma, que possam contribuir para o aprimoramento da mesma, devem ser enviadas para a CONTEC - Subcomissão Autora.

As propostas para revisão desta Norma devem ser enviadas à CONTEC - Subcomissão Autora, indicando a sua identificação alfanumérica e revisão, o item a ser revisado, a proposta de redação e a justificativa técnico-econômica. As propostas são apreciadas durante os trabalhos para alteração desta Norma.

"A presente Norma é titularidade exclusiva da PETRÓLEO BRASILEIRO S.A. - PETROBRAS, de uso interno na Companhia, e qualquer reprodução para utilização ou divulgação externa, sem a prévia e expressa autorização da titular, importa em ato ilícito nos termos da legislação pertinente, através da qual serão imputadas as responsabilidades cabíveis. A circulação externa será regulada mediante cláusula própria de Sigilo e Confidencialidade, nos termos do direito intelectual e propriedade industrial."

Apresentação

As normas técnicas PETROBRAS são elaboradas por Grupos de Trabalho – GTs (formados por especialistas da Companhia e das suas Subsidiárias), são comentadas pelos Representantes Locais (representantes das Unidades Industriais, Empreendimentos de Engenharia, Divisões Técnicas e Subsidiárias), são aprovadas pelas Subcomissões Autoras – SCs (formadas por técnicos de uma mesma especialidade, representando os Órgãos da Companhia e as Subsidiárias) e aprovadas pelo Plenário da CONTEC (formado pelos representantes das Superintendências dos Órgãos da Companhia e das suas Subsidiárias, usuários das normas). Uma norma técnica PETROBRAS está sujeita a revisão em qualquer tempo pela sua Subcomissão Autora e deve ser reanalisada a cada 5 (cinco) anos para ser revalidada, revisada ou cancelada. As normas técnicas PETROBRAS são elaboradas em conformidade com a norma PETROBRAS N-1. Para informações completas sobre as normas técnicas PETROBRAS, ver Catálogo de Normas Técnicas PETROBRAS.

DETERMINAÇÃO DE TRAÇO DE COMPOSTO DE ENXOFRE E ENXOFRE TOTAL
EM DESTILADO DE PETRÓLEO
(método)

1 OBJETIVO

1.1 Esta Norma prescreve o método de determinação de compostos de enxofre (enxofre elementar, enxofre mercaptídico, sulfetos, dissulfetos, ácido sulfídrico e enxofre não reativo).

1.2 Este método aplica-se a baixas concentrações, na faixa de 0,1 a 200 ppm, e a produtos destilados não olefínicos, tais como naftas de destilação direta e de reforma e hidrocarbonetos aromáticos.

1.3 O presente método não deve ser utilizado em produtos que contenham mais do que 2% de olefinas, e em derivados que tenham sido tratados com ácido sulfúrico, porque formas oxidadas de enxofre, tais como ácido sulfônico, não são determinadas quantitativamente.

2 NORMAS A CONSULTAR

2.1 Da PETROBRAS

N-1380 - Determinação de Gás Sulfídrico e Enxofre Mercaptídico em Hidrocarbonetos Líquidos Método Potenciométrico.

2.2 DA ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas)

PMB 937 - Determinação de Traços de Enxofre em Destilados de Petróleo.

2.3 Da ASTM (American Society for Testing and Materials)

D 1193 - Specification for Reagent Water.

3 RESUMO

3.1 A amostra é titulada potenciométricamente com nitrato de prata para determinação de ácido sulfídrico. No caso da determinação indicar um teor maior que 1 ppm o ácido sulfídrico é removido com sulfato de cádmio. A amostra isenta de H_2S (ou com teor menor que 1 ppm) é tratada com mercúrio metálico para remover o enxofre elementar e determina-se este teor através do tratamento com liga Níquel/Raney da amostra tratada e não tratada. Em uma terceira etapa, a amostra tratada com mercúrio é titulada potenciométricamente com nitrato de prata para determinação de mercaptas. Após esta etapa a amostra é tratada com zinco/ácido acético e posterior titulação potenciométrica com nitrato de prata onde por diferença determina-se o teor de dissulfeto. A amostra tratada com mercúrio e zinco/ácido acético, segue para o tratamento com solução de Solustiser onde são removidos compostos mercaptídicos (já presentes na amostra e provenientes da redução dos dissulfetos) e analisada pelo método PMB-937 para determinação de sulfeto e enxofre não reativo. Paralelamente, na amostra já isenta de enxofre elementar, mercaptas e dissulfetos, adiciona-se nitrato mercurioso onde são retirados os sulfetos orgânicos e posteriormente procede-se tratamento com liga de Níquel/Rangel, onde por diferença determina-se o teor de sulfetos (R_2S) e enxofre não reativo (SnR).

Nota: Para a utilização desta norma, o procedimento analítico aqui descrito deve ser integrado com os descritos nas normas: PETROBRAS [N-1380](#) - Determinação de Gás Sulfídrico e Enxofre Mercaptídico em Hidrocarbonetos Líquidos; ABNT PMB 937 - Determinação de Traços de Enxofre em Destilados de Petróleo.

4 MATERIAIS

4.1 Funil de separação de 500 mL.

4.2 Erlenmeyer 500 mL.

4.3 Agitador magnético.

4.4 Papel de filtro qualitativo.

5 REAGENTES

Todos os reagentes devem ser de grau P.A., a menos que indicado ao contrário.

Toda referência a água deve ser entendida como água destilada ou deionizada.

5.1 Mercúrio metálico (CUIDADO: TÓXICO - Ver ANEXO I).

5.2 Zinco metálico em pó (CUIDADO: TÓXICO – Ver ANEXO I).

5.3 Ácido acético (CUIDADO: INFLAMÁVEL - Ver ANEXO I).

5.4 Solução de Solutiser

Dissolver 500 g de hidróxido de Potássio em água, esfriar e adicionar com agitação 260g ácido isobutírico ($0,95 \text{ Kg}/1000 \text{ mL} = 274 \text{ mL}$).

Diluir para 1 litro com água e armazenar em frasco de Polietileno. Manter em geladeira a 4 graus C.

5.5 Solução Ácida de Sulfato de Cádmio (150 g/L)

Dissolver 150 gramas de sulfato de cádmio ($\text{CdSO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) em água. Adicionar 10 mL de ácido sulfúrico (1:5) e diluir a um litro com água.

5.6 Nitrato Mercuroso Seco

Pesar 26 g de nitrato mercuroso numa placa de Petri. Colocar dentro de dessecador contendo lentilhas de hidróxido de sódio e aplicar vácuo e deixar por no mínimo 12 horas, ao abrigo da luz.

Um procedimento alternativo é usar um funil de separação contendo nitrato mercuroso, e passar nitrogênio de baixo para cima durante pelo menos 4 horas. Com isso consegue-se secar o nitrato mercuroso. Deixar estocado em dessecador.

5.7 Hidróxido de Sódio 1N

Dissolver 40 gramas de hidróxido de sódio P.A. em água e completar o volume para 1000 mL com água.

6 PROCEDIMENTO

As determinações de teor de enxofre total são feitas pelo método da liga de Níquel-Raney utilizando a norma PMB 937.

Os teores de ácido sulfídrico e mercaptas são determinados pelo método potenciométrico descrito na norma [N-1380](#).